

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 10-273477

(43)Date of publication of application : 13.10.1998

(51)Int.Cl. C07C233/58
C09K 3/00
// C07M 9:00

(21)Application number : 09-344691

(71)Applicant : HANABUSA KENJI
POLA CHEM IND INC

(22)Date of filing : 15.12.1997

(72)Inventor : HANABUSA KENJI
KAWAKAMI ATSUSHI
SHIRAI HIROYOSHI
IYANAGI KOICHI

(30)Priority

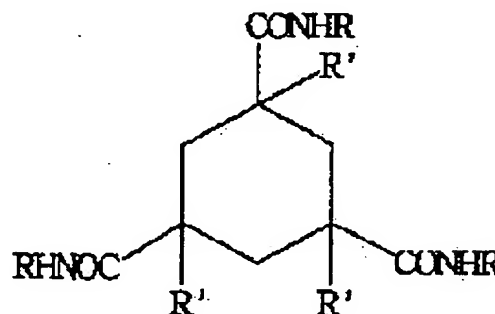
Priority number : 09 29790 Priority date : 29.01.1997 Priority country : JP

(54) CYCLOHEXANETRICARBOXAMIDE DERIVATIVE AND THICKENING AND GELLING AGENT COMPRISING THE SAME

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To obtain a new compound useful as a thickening and gelling agent for a fluid organic material such as an oil.

SOLUTION: This cyclohexanetricarboxamide derivative is a compound of the formula (R is a 4-20C alkyl; R' is H or a 1-4C alkyl), e.g. cis-1,3,5-tris(hexylaminocarbonyl) cyclohexane. The compound of the formula is obtained by changing a corresponding 1,3,5-cyclohexanetricarboxylic acid having stereoregularity into an acid chloride by using thionyl chloride, and further reacting the acid chloride with an alkylamine. A fluid organic material is thickened and gelled by mixing the compound of the formula with the fluid organic material, heating to dissolve each other, and cooling the dissolved mixture. Further, the compound of the formula can stabilize a composition containing the fluid organic material by thickening and gelling the composition.

**LEGAL STATUS**

[Date of request for examination] 10.10.2001

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平10-273477

(43) 公開日 平成10年(1998)10月13日

(51) Int.Cl. ⁶	識別記号	F I
C 0 7 C 233/58		C 0 7 C 233/58
C 0 9 K 3/00	1 0 3	C 0 9 K 3/00
// C 0 7 M 9:00		1 0 3 M

審査請求 未請求 請求項の数 6 O L (全 8 頁)

(21) 出願番号	特願平9-344691	(71) 出願人	397019830 英 謙二 長野県上田市古里1918-16
(22) 出願日	平成9年(1997)12月15日	(71) 出願人	000113470 ポーラ化成工業株式会社 静岡県静岡市弥生町6番48号
(31) 優先権主張番号	特願平9-29790	(72) 発明者	英 謙二 長野県上田市常田3丁目15番1号 信州大 学繊維学部内
(32) 優先日	平9(1997)1月29日	(72) 発明者	河上 敦 長野県上田市常田3丁目15番1号 信州大 学繊維学部内
(33) 優先権主張国	日本 (J P)	(74) 代理人	弁理士 遠山 勉 (外2名) 最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 シクロヘキサントリカルボキサミド誘導体及びそれからなる増粘・ゲル化剤

(57) 【要約】

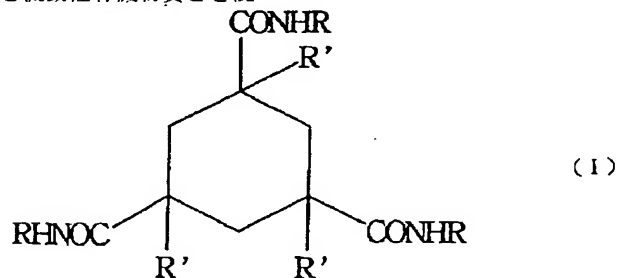
【課題】 流動性を有する有機物質乃至はこれを含む組成物の増粘・ゲル化手段あるいは安定化手段を提供する。

【解決手段】 一般式 (I) に表される化合物を製造

し、この1種乃至は2種以上と流動性有機物質とを混

* 合、加温し、相溶させた後、冷却することにより流動性有機物質を増粘・ゲル化する。さらに、流動性有機物質を含む組成物を、流動性有機物質を前記化合物を用いて増粘・ゲル化させることによって安定化する。

【化1】



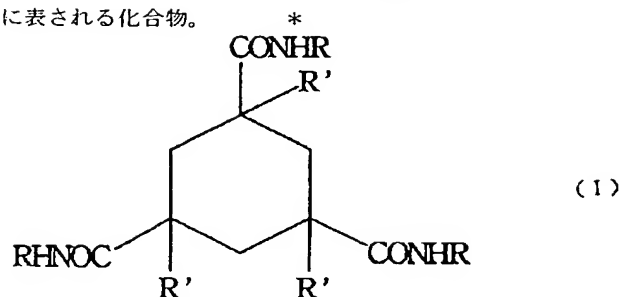
(但し、式中Rはそれぞれ独立に炭素数4～20の直鎖状、分岐鎖状又は環状の構造を有するアルキル基を表

し、R' はそれぞれ独立に水素原子又は炭素数1～4のアルキル基を表す。)

【特許請求の範囲】

*【化 1】

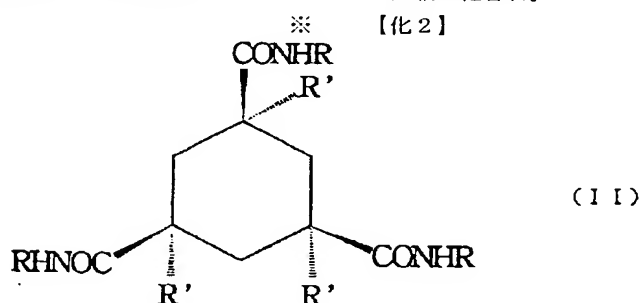
【請求項 1】 一般式 (I) に表される化合物。



(但し、式中Rはそれぞれ独立に炭素数4～20の直鎖状、分岐鎖状又は環状の構造を有するアルキル基を表し、R'はそれぞれ独立に水素原子又は炭素数1～4のアルキル基を表す。)

※【請求項 2】 一般式 (I I) に表されるエクアトリアル型構造を有する化合物であることを特徴とする請求項 1 記載の化合物。

【化 2】



(但し、式中Rはそれぞれ独立に炭素数4～20の直鎖状、分岐鎖状又は環状の構造を有するアルキル基を表し、R'はそれぞれ独立に炭素数1～4のアルキル基を表す。)

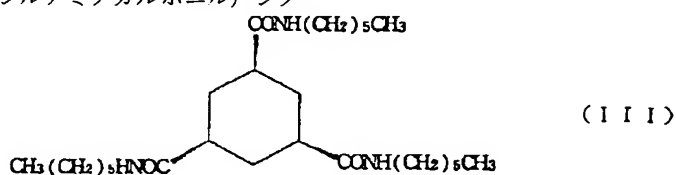
【請求項 3】 式 (I I I) に表される c i s - 1, 3, 5-トリス (ヘキシルアミノカルボニル) シクロヘキサ

30

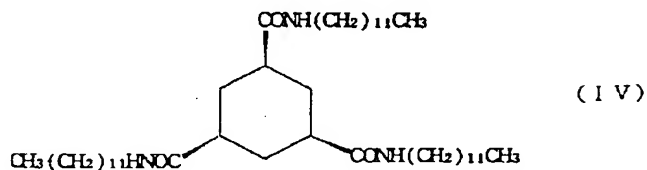
キサン (化合物 1)、式 (I V) に表される c i s - 1, 3, 5-トリス (ドデシルアミノカルボニル) シク

ロヘキサン (化合物 2)、式 (V) に表される c i s - 1, 3, 5-トリス (オクタデシルアミノカルボニル) シクロヘキサン (化合物 3)、式 (V I) に表される c i s - 1, 3, 5-トリス (N-(3, 7-ジメチルオクチル) アミノカルボニル) シクロヘキサン (化合物 4) の何れかである請求項 2 記載の化合物。

【化 3】



【化 4】



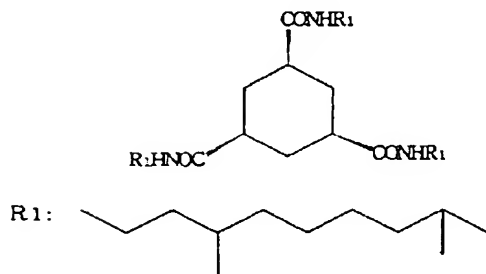
【化 5】

3

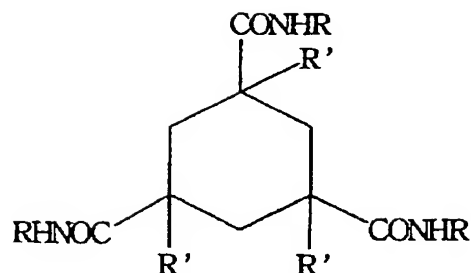
4



(V I)



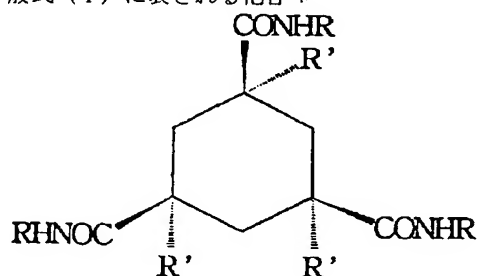
【化 7】



(I)

【0010】（但し、式中Rはそれぞれ独立に炭素数4～20の直鎖状、分岐鎖状又は環状の構造を有するアルキル基を表し、R'はそれぞれ独立に水素原子又は炭素数1～4のアルキル基を表す。）

【0011】本発明に係る一般式（I）に表される化合*



(II)

【0013】（但し、式中Rはそれぞれ独立に炭素数4～20の直鎖状、分岐鎖状又は環状の構造を有するアルキル基を表し、R'はそれぞれ独立に炭素数1～4のアルキル基を表す。）

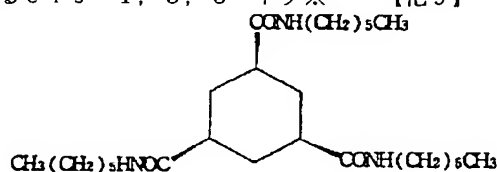
【0014】さらに、一般式（II）に表されるエクタリアル型構造を有する化合物として、具体的には、式（III）に表されるcis-1, 3, 5-トリス（ヘキシルアミノカルボニル）シクロヘキサン（化合物

1）、式（IV）に表されるcis-1, 3, 5-トリ※

※（ドデシルアミノカルボニル）シクロヘキサン（化合物2）、式（V）に表されるcis-1, 3, 5-トリス（オクタデシルアミノカルボニル）シクロヘキサン（化合物3）、式（VI）に表されるcis-1, 3, 5-トリス（N-（3, 7-ジメチルオクチル）アミノカルボニル）シクロヘキサン（化合物4）等を挙げることができる。

【0015】

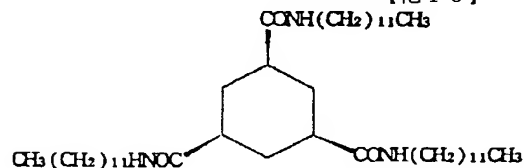
【化9】



(III)

【0016】

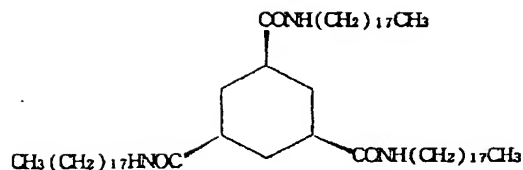
【化10】



(IV)

【0017】

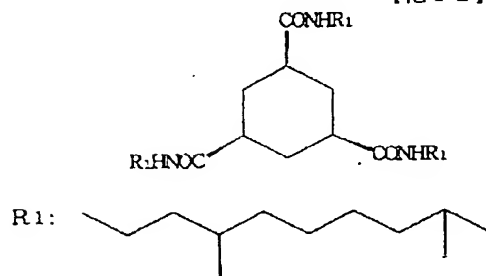
【化11】



(V)

【0018】

【化12】



(VI)

【0019】また、本発明は、上記本発明の化合物から選ばれる1種乃至は2種以上からなる流動性有機物質用の増粘・ゲル化剤、あるいは、流動性有機物質と、上記本発明の化合物から選ばれる1種乃至は2種以上とを混合、加温し、相溶させた後、冷却することを特徴とする流動性有機物質の増粘・ゲル化方法を提供する。

【0020】さらに、本発明は、流動性有機物質を含有する組成物を安定化する方法において、上記本発明の化合物から選ばれる1種乃至は2種以上を用いた流動性有機物質の増粘・ゲル化を含むことを特徴とする流動性有機物質含有組成物の安定化方法を提供するものである。

【0021】

【発明の実施の形態】以下、本発明を具体的に説明する。まず、本発明の化合物について説明する。

(1) 本発明の化合物

本発明の化合物は、シクロヘキサントリカルボキサミドのアルキル誘導体であり、化学式は上記一般式(I)に表される通りである。

【0022】本発明の化合物に於いては、3つのアルキルアミノカルボニル基の6員環への結合の仕方によって立体異性体が存在する。本発明においては、少なくとも2つのアルキルアミノカルボニル基の結合がエクアトリアル結合である化合物が好ましく、さらに3つのアルキルアミノカルボニル基の全てがエクアトリアル結合である上記一般式(I I)に示されるエクアトリアル型構造の化合物がより好ましい。本発明の化合物においては、*

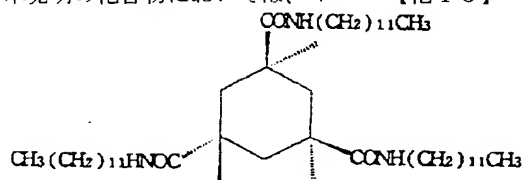
*この様にアルキルアミノカルボニル基がエクアトリアル結合を取る様な化合物が流動性有機物質に対してより優れた増粘・ゲル化作用を有するからである。

【0023】本発明の化合物のうち、少なくとも2つアルキルアミノカルボニル基の結合がエクアトリアル結合である化合物として、具体的には、上記式(I I I)に表されるcis-1, 3, 5-トリス(ヘキシルアミノカルボニル)シクロヘキサン(化合物1)、式(I V)に表されるcis-1, 3, 5-トリス(ドデシルアミノカルボニル)シクロヘキサン(化合物2)、式(V)に表されるcis-1, 3, 5-トリス(オクタデシルアミノカルボニル)シクロヘキサン(化合物3)、式(V I)に表されるcis-1, 3, 5-トリス(N-(3, 7-ジメチルオクチル)アミノカルボニル)シクロヘキサン(化合物4)、や下記式(V I I)に表されるtrans-1, 3, 5-トリメチルー1, 3, 5-トリス(N-ラウリルアミノカルボニル)シクロヘキサン(化合物5)、式(V I I I)に表されるtrans-1, 3, 5-トリメチルー1, 3, 5-トリス(N-ステアリルアミノカルボニル)シクロヘキサン(化合物6)等を挙げることができる。

【0024】また、これらの内では上記一般式(I I)に示されるエクアトリアル型構造の化合物である化合物1~4が特に上記増粘・ゲル化作用が強く好ましい。

【0025】

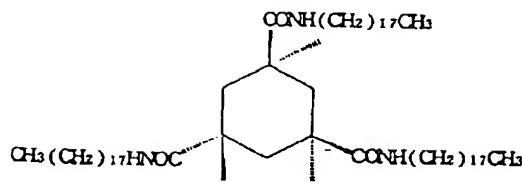
【化13】



(VII)

【0026】

【化14】



(VII)

【0027】本発明の化合物は何れも既知の化合物より、製造することができる。これらの化合物は例えば、次に示す方法で製造すればよい。即ち、目的化合物に対応する立体特性を有する1, 3, 5-シクロヘキサントリカルボン酸を塩化チオニルで酸クロライドに変換し、これに目的化合物に対応するアルキルアミンを反応させればよい。かくして得られた生成物は再結晶やカラムクロマトグラフィー等の通常の精製手段により精製できる。

【0028】かくして得られる本発明の化合物は何れも流動性を有する有機物質乃至はこれを含む組成物を増粘・ゲル化あるいは安定化させる作用に優れる。

【0029】(2) 本発明の流動性有機物質用増粘・ゲル化剤および流動性有機物質の増粘・ゲル化方法
本発明の流動性有機物質用の増粘・ゲル化剤は、上記本発明の化合物から選ばれる1種又は2種以上からなる。本発明の増粘・ゲル化剤には、さらに必要に応じて基剤等の任意成分を配合することが可能であり、この様な任意成分と上記本発明の化合物とを配合して本発明の増粘・ゲル化剤を種々の剤形に製剤化することも可能である。

【0030】本発明の流動性有機物質の増粘・ゲル化方法は、流動性有機物質と、上記本発明の化合物から選ばれる1種又は2種以上とを混合、加温し、相溶させた後、冷却することを特徴とする。

【0031】本発明の流動性有機物質の増粘・ゲル化方法における、上記本発明の化合物の使用量としては、用いる本発明の化合物や対象とする流動性有機物質の種類にもよるが、当該流動性有機物質1000重量部に対して、概ね0.1~100重量部、より好ましくは0.5~90重量部、更に好ましくは1~80重量部の範囲を挙げることができる。この場合、本発明の化合物は唯1種のみを用いても良いし2種以上を用いても良い。

【0032】また、本発明の増粘・ゲル化方法においては、上記本発明の増粘・ゲル化剤を用いることも可能であり、その場合には増粘・ゲル化剤の使用量を、本発明の化合物の使用量として上記範囲となるように調整すればよい。

【0033】本発明の流動性有機物質の増粘・ゲル化方法によれば、さらに、流動性有機物質を含む組成物を増粘・ゲル化することも可能である。この場合の上記本発明の化合物の使用量は、組成物中の流動性有機物質量に対する量として上記範囲となるようにすればよい。

【0034】本発明の流動性有機物質の増粘・ゲル化方

法においては、上記割合で流動性有機物質と本発明の化合物を混合した後、加温して両者を相溶させる。加温の際の温度については、両者が相溶する温度であれば特に制限されないが、100℃を越えないことが好ましく、流動性有機物質の沸点が100℃以下の場合には、沸点程度が好ましい。また、この温度は、用いる本発明の化合物や対象とする流動性有機物質の種類によって適宜選択されうるものである。

【0035】本発明の増粘・ゲル化方法においては上記相溶後、冷却を行うが、この冷却に関しても特に制限されず、室温で徐冷してもよいし、氷冷等により強制的に冷却してもよい。

【0036】上記本発明の増粘・ゲル化剤、あるいは、増粘・ゲル化方法が適用される流動性有機物質としては、例えば、四塩化炭素、テトラヒドロフラン、ヘキサン、シクロヘキサン、ベンゼン、トルエン、クロロベンゼン、ピリジン等のような有機溶剤類、ケロシン、ガソリン、軽油、重油等の燃料、オリーブ油、大豆油、コーン油、ヒマシ油、牛脂、ホホバ油等の動植物油、スクワラン、流動パラフィン等の鉱物油、ジメチルポリシロキサンやメチルフェニルポリシロキサン等のシリコン類、オレイン酸オクチルドデシル、グリセリルトリオクタネート、ネオペンチルグリコールジソオクタネート等の合成エステル類が例示できる。本発明は、また、これら流動性有機物質の混合物にも適用され得る。

【0037】(3) 本発明の流動性有機物質含有組成物の安定化方法

本発明の流動性有機物質含有組成物の安定化方法は、上記本発明の化合物から選ばれる1種乃至は2種以上を用いた流動性有機物質の増粘・ゲル化を含むことを特徴とするものである。

【0038】本発明の安定化方法における、上記本発明の化合物を用いた流動性有機物質の増粘・ゲル化については、上記本発明の流動性有機物質の増粘・ゲル化方法で説明した通りである。

【0039】この様な本発明の安定化方法として、具体的には、流動性有機物質を含む組成物に、上記本発明の化合物の適当量を混合、加温し、相溶させた後、冷却する方法や、流動性有機物質含有組成物の原料である流動性有機物質に、予め上記本発明の化合物の適当量を添加混合し、加温、相溶させた後、冷却して、前記流動性有機物質の増粘・ゲル化物を製造し、これを組成物に配合する方法等が挙げられる。

【0040】本発明の安定化方法が適用される組成物と

11

しては、流動性有機物質を含有する組成物であれば特に制限されないが、具体的には、化粧料、ペイント、食品、医薬品等が例示できる。

【0041】

【実施例】以下に実施例を示して本発明について更に詳細に説明するが、本発明がこれら実施例にのみ限定を受けないことは言うまでもない。

【0042】

【実施例1】 *cis*-1, 3, 5-トリス(ヘキシルアミノカルボニル)シクロヘキサン(化合物1)の合成
cis-1, 3, 5-シクロヘキサントリカルボン酸2gをクロロホルム50mlに溶解させ、これに6gの塩化チオニルを加え、室温で1時間攪拌し、反応液を濃縮した。これにヘキシルアミン3gを50mlの塩化メチレンと10mlのトリエチルアミンに溶かして加え、2時間加熱攪拌した。析出した結晶を集め水洗し、化合物1を5g得た。このものの元素分析、IR、NMR等の示性値は構造を支持していた。IR測定結果を以下に示す。

【0043】(IR測定結果(cm^{-1})、KBr錠剤法) 3844、3300、2928、2332、1554、1390、1258、1152

【0044】

【実施例2】 *cis*-1, 3, 5-トリス(ドデシルアミノカルボニル)シクロヘキサン(化合物2)の合成
cis-1, 3, 5-シクロヘキサントリカルボン酸2gをクロロホルム50mlに溶解させ、これに6gの塩化チオニルを加え、室温で1時間攪拌し、反応液を濃縮した。これにラウリルアミン6gを50mlの塩化メチレンと10mlのトリエチルアミンに溶かして加え、2時間加熱攪拌した。析出した結晶を集め水洗し、化合物2を8g得た。このものの元素分析、IR、NMR等の示性値は構造を支持していた。IR測定結果を以下に示す。

【0045】(IR測定結果(cm^{-1})、KBr錠剤法) 3676、3300、2924、1644、1468、1314、1206

【0046】

【実施例3】 *cis*-1, 3, 5-トリス(オクタデシルアミノカルボニル)シクロヘキサン(化合物3)の合成

cis-1, 3, 5-シクロヘキサントリカルボン酸2gをクロロホルム50mlに溶解させ、これに6gの塩化チオニルを加え、室温で1時間攪拌し、反応液を濃縮

12

した。これにステアリルアミン7gを50mlの塩化メチレンと10mlのトリエチルアミンに溶かして加え、2時間加熱攪拌した。析出した結晶を集め水洗し、化合物3を10g得た。このものの元素分析、IR、NMR等の示性値は構造を支持していた。IR測定結果を以下に示す。

【0047】(IR測定結果(cm^{-1})、KBr錠剤法) 3456、3092、2856、1644、1470、1316、1206

【0048】

【実施例4】 *cis*-1, 3, 5-トリス(N-(3, 7-ジメチルオクチル)アミノカルボニル)シクロヘキサン(化合物4)の合成

cis-1, 3, 5-シクロヘキサントリカルボン酸2gをクロロホルム50mlに溶解させ、これに6gの塩化チオニルを加え、室温で1時間攪拌し、反応液を濃縮した。これに3, 7-ジメチルオクチルアミン5gを50mlの塩化メチレンと10mlのトリエチルアミンに溶かして加え、2時間加熱攪拌した。析出した結晶を集め水洗し、化合物4を6g得た。このものの元素分析、IR、NMR等の示性値は構造を支持していた。IR測定結果を以下に示す。

【0049】(IR測定結果(cm^{-1})、KBr錠剤法) 3308、2956、2872、1552、1384、1256、1032

【0050】

【実施例5】 増粘・ゲル化作用試験

表1に示す各種流動性有機物質を、試験管に1 cm^3 ずつ秤とり、これに秤量した上記実施例1で得られた化合物1を加え混合し、相溶するまで各流動性有機物質についての適温(沸点が100℃未満の流動性有機物質については沸点、それ以外は100℃)で加熱攪拌した。相溶したものを25℃まで冷却し、ゲル化しているか否かを肉眼で判定した。ゲル化をしていた場合には化合物1の添加量を減じ、ゲル化をしていなかった場合には添加量を増やし、ゲル化する最低量(mg)を求めた。また、上記実施例2~4で得られた化合物2~4についても、同様にして、各種流動性有機物質をゲル化する最低量(mg)を求めた。結果を表1に示す。尚、表中の「ゲル様」の記載はゲルの形成は見られなかったが、ゲルっぽい状態であったことを意味する。

【0051】

【表1】

表1

流動性有機物質	化合物1	化合物2	化合物3	化合物4
四塩化炭素	不溶	ゲル様	5	5
テトラヒドロフラン	不溶	25	9	溶液
ヘキサン	不溶	不溶	1	60
シクロヘキサン	不溶	1	2	ゲル様
ベンゼン	不溶	5	3	ゲル様
トルエン	不溶	2	5	60
クロロベンゼン	不溶	6	3	60
ピリジン	3	15	1	ゲル様
ケロシン	不溶	3	1	17
コーン油	不溶	13	2	不溶

【0052】この結果から、上記実施例で得られた本発明の化合物1～4は何れも流動性有機物質を増粘・ゲル化する作用に優れることが判る。

【0053】

【実施例6】 *trans*-1, 3, 5-トリメチル-1, 3, 5-トリス (N-ラウリルアミノカルボニル) シクロヘキサン (化合物5) の合成

trans-1, 3, 5-トリヒドロキシカルボニル-1, 3, 5-トリメチルシクロヘキサン2. 3gをクロロホルム50mlに溶解させ、これに6gの塩化チオニルを加え、室温で1時間攪拌し、反応液を濃縮した。これにラウリルアミン6gを50mlの塩化メチレンと10mlのトリエチルアミンに溶かして加え、2時間加熱攪拌した。析出した結晶を集め水洗し、化合物5を5.5g得た。このものの元素分析、NMR等の示性値は構造を支持していた。

【0054】

【実施例7】 *trans*-1, 3, 5-トリメチル-1, 3, 5-トリス (N-ステアリルアミノカルボニル) シクロヘキサン (化合物6) の合成

trans-1, 3, 5-トリヒドロキシカルボニル-1, 3, 5-トリメチルシクロヘキサン2. 3gをクロロホルム50mlに溶解させ、これに6gの塩化チオニルを加え、室温で1時間攪拌し、反応液を濃縮した。これにステアリルアミン7gを50mlの塩化メチレンと10mlのトリエチルアミンに溶かして加え、2時間加熱攪拌した。析出した結晶を集め水洗し、化合物6を11g得た。このものの元素分析、NMR等の示性値は構造を支持していた。

【0055】

【発明の効果】本発明によれば、新たに製造された一般式(1)に表される化合物を用いて、流動性を有する有機物質乃至はこれを含有する組成物を増粘・ゲル化すること、あるいは、安定化することが可能である。

フロントページの続き

(72)発明者 白井 汪芳
長野県上田市常田3丁目15番1号 信州大学繊維学部内

(72)発明者 井柳 宏一
神奈川県横浜市戸塚区柏尾町560ポーラ化成工業株式会社戸塚研究所内